

Japanese Laid-Open Patent Application No. 59-47476/1984

What is claimed is:

A method of reforming a polyester-series fiber characterized in that, after the polyester-series fiber is treated with a gaseous low-temperature plasma containing oxygen, polyalkylene glycol having a molecular weight within the range of from 500 to 2000 is given to the fiber in an amount of from 2 to 10 wt% with respect to the weight of the fiber, and thereafter said fiber is treated with a low-temperature plasma such as air, nitrogen, oxygen, or argon.



印刷用表示 | 検索結果へ戻る

表示  
画面

## JAPIO ファイルから表示する

回答番号 1 © 2001 JPO

**Title**

MODIFICATION OF POLYESTER FIBER

**Inventor Name**

GOTO TOKUKI; TANAKA ITSUO; NAKADA KATSUNOBU

**Patent Assignee**

UNITIKA LTD, JP (CO 000450)

**Patent Information**

JP 59047476 A 19840317 Showa

**Application Information**

JP1982-157119 (JP57157119 Showa) 19820908

**International Patent Classification**

ICM (3) D06M013-18

**International Patent Classification, Secondary**

(3) D06M010-00; (3) D06M015-10

**Accession Number**

1984-047476 JAPIO

全文オプション

STN Keep &amp; Share

Web を検索する

with



↑↑↑

⑯ 日本国特許庁 (JP)  
⑰ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開  
昭59-47476

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
D 06 M 13/18  
10/00  
15/10

識別記号

厅内整理番号  
7107-4 L  
7199-4 L  
7107-4 L

⑭ 公開 昭和59年(1984)3月17日  
発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑯ ポリエステル系繊維の改質方法

大阪市福島区玉川2丁目3番16  
-335号

⑰ 特願 昭57-157119  
⑰ 出願 昭57(1982)9月8日  
⑰ 発明者 後藤徳樹  
奈良市鳴川町6番地  
⑰ 発明者 田中逸雄

⑰ 発明者 中田勝信  
宇治市宇治里尻32  
⑰ 出願人 ユニチカ株式会社  
尼崎市東本町1丁目50番地

明細書

1. 発明の名称

ポリエステル系繊維の改質方法。

2. 特許請求の範囲

(1) ポリエステル系繊維を酸素を含む気体の低温プラズマで処理したあと、該繊維に分子量500~2000の範囲内にあるポリアルキレンゴライコールを繊維質量に対して2~10質量%になるよう付与し、かかる後に該繊維を空気、窒素、酸素、アルゴンなどの低温プラズマで処理することを特徴とするポリエステル系繊維の改質方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はポリエステル系繊維の表面改質法に関するものであり、ポリエステル系繊維製品に耐久性のある耐久性、吸水性、ソイルリリース性を付与する方法を提供することを目的とするものである。

ポリエステル系繊維は強力、寸法安定性、ウォッシュ・アンド・ウェア性、速乾性などの性能

において優れている一方、耐久性、吸水性、ソイルリリース性に劣り用途に限界があつた。そこでこれらの欠点を改良するため各種の改質が試みられてきたが、得られた性能、特に耐久性で充分なものが少く、たとえある一つの性能（例えば耐久性）が満足すべきものであつても他の性能（例えばソイルリリース性）が不良であつたり、また染色堅牢度や風合いに悪影響があつたりして不充分な性能のものしか得られなかつた。

これら従来の改良の方法としては親水性物質をポリエステル繊維表面に吸着、吸着させるかあるいは物質間の架橋結合を利用してフィルムフォーメイションさせるか、さらには親水性グリープを有する重合性モノマーを繊維表面にグラフト重合させるなどの方法がある。このいずれの方法においても上記の欠点があり、改良の検討が続けられているものの現在までに満足すべきものは得られていない。最近これらの方法に加えて低温アーフラスマ処理によりポリエステル表面を改質する試みがなされており非常に興味のある方法であるが、この

方法によればポリエスチル繊維の吸水、ソイルリース性を改良することは出来ても制電性を改良するには至らずこれも完全な方法にはほど遠いものである。

本発明者らはこのような問題点を解決するため鏡検討の結果、ポリエスチル系繊維を低温プラズマ処理と特定分子量範囲の特定濃度のポリアルキレングライコールの付与とを組合せることにより、非常に優れた耐久性を有する制電性と吸水性、ソイルリース性を同時に満足させることができるという事実を見出し本発明に到達した。

すなわち本発明はポリエスチル系繊維を酸素を含む気体の低温プラズマで処理したあと、該繊維に分子量 500 ~ 2000 の範囲内にあるポリアルキレングライコールを繊維重量に対して 2 ~ 10 滴量になるよう付与し、しかる後に該繊維を空気、N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、Ar などの低温プラズマで処理することを繰り返すとするポリエスチル系繊維の改質方法である。

以下、本発明を詳細に説明する。

交流電圧印加いずれの方法でもよいが、通常は 1 kHz ~ 5000 MHz の高周波が使われ、13.56 MHz の高周波を 0.1 ~ 1W/cm<sup>2</sup> の出力で印加する方法が代表的である。本発明でも上述のような方法で生起する低温プラズマを使用する。本発明ではまず第一の工程として酸素を含む気体の低温プラズマでポリエスチル系繊維を処理する。この工程は次の工程であるポリアルキレングライコールのポリエスチル系繊維への織れを改良し各単繊維表面に均一に付着させる効果をもつ。またこの工程はポリエスチル系繊維表面にある不純物を除去する効果やポリエスチル系繊維表面に形成されるラジカルによりポリアルキレングライコールをポリエスチル系繊維へ付着しやすくする効果など各種の効果がある。しかしこの工程单独で得られる性能は吸水性とソイルリース性のみであり、制電性は得られない。この為本発明でのこの工程の低温プラズマ処理は吸水性とソイルリース性に重点をおいた低温プラズマ条件を設定すればよく本発明者らの研究の

本発明でいうポリエスチル系繊維とはポリエチレンテレフタレートあるいはテレフタル酸とエチレングリコールに第三成分を含有する共重合ポリエスチル繊維を指し、その形態は織、糸、あるいは布用、不織布などのシート状成形物などどのようなものであってもよい。また低温ラジカルと呼ばれる N<sub>2</sub>、Ar、O<sub>2</sub>、CO<sub>2</sub>、空気などの気体中でグロー放電を起すことにより生起される気体粒子が電離状態で離散活性化状態にある非平衡プラズマのことである。低温プラズマで諸分子不純物を処理するとその物理的表面改質効果があり、抗酸性、吸水性、などが向上することは公知の事実となつて。ポリエスチル系繊維の場合でも、Ar などの低温プラズマで処理することにより吸水性の向上効果が得られる。低温プラズマの発生方法としては試料を入れた真空容器を真空中ポンプにより排気減圧し所定の気体を導入して 0.1 ~ 2.0 Torr の範囲内で一定の真空度に調節した後電気エネルギーを印加してグロー放電を起させる。このとき空気エネルギー源としては直流通電圧印加、

結果では酸素を含む気体すなわち O<sub>2</sub>、空気、脱酸ガス、一酸化炭素、H<sub>2</sub>、O<sub>2</sub> (水蒸気)などの気体を使用すれば最も効果よく処理することが出来る。一例を示せば O<sub>2</sub> を用い真空中 0.8 Torr で 13.56 MHz の高周波を 1W/cm<sup>2</sup> の出力で印加し 2 分間処理する。次いで本発明の方法では第 2 の工程としてポリアルキレングライコールを付与する。ここでいうポリアルキレングライコールとはポリエチレングライコール (ポリエチレンオキサイド)、ポリプロピレンオキサイド等のテール化合物またはこれらの共重合物例えばエチレンオキサイドとポリプロピレンオキサイド共重合物などをいう。第 1 の工程で低温プラズマ処理したポリエスチル系繊維製品にポリアルキレングライコールを付与する方法としてはポリアルキレングライコール水溶液をパットして乾燥するかあるいはスクリーニングなどの方法があり、特に融解されないが均一に付与することが重要である。この第 2 の工程で最も重要な点は使用するポリアルキレングライコールの分子量と付与量である。単に低密度性高分子

(本発明でいうポリアルキレンジライコールもこれに含まれる)を合成樹脂成形品に塗布したのち低温プラズマ処理する方法は特開昭52-69985号公報にて既に掲載されているがこの提案の方法の実施例では分子量2万のポリエチレンジライコールの1%をポリエチレンフィルムの上に厚さ0.5μになるよう塗布し乾燥して低温プラズマ処理すれば良好な耐電性が得られるとしている。しかしながら本発明の対象とするポリエチレン系樹脂成形品の場合洗剤あるいはこれに準ずる水洗などの処理が使用中に必然的に行われるため性能の耐久性が重要であるが前述の提案の方法では洗剤による耐久性はほとんどなく数回の洗濯で性能はほとんど無くなってしまう。本発明者らはこの点について厳密な検討を進め特に洗濯耐久性を向上させる方法について詳細に検討した結果、ポリアルキレンジライコールの分子量が500~2000のものをしかも対樹脂質量当り2~10%付与して低温プラズマ処理したときにのみ良好な耐電性が非常に耐久性のある状態で得られることを見出した。

処理効果がおよばない場合耐久性が得られないものと考えられる。

以上のように使用するポリアルキレンジライコールの分子量と付与量は耐久性のある耐電性、吸水性、ソイルリリース性を得るために非常に重要な要件となり、本発明のポイントとなるものでありこの点については従来まったく考慮されていなかった。

本発明の第3の工程は上記第2の工程で付与された特定の分子量範囲で特定付与量のポリアルキレンジライコールを低温プラズマ処理によりポリエチレン系樹脂に固定する工程である。

この低温プラズマ処理によりポリアルキレンジライコールは架橋結合し、本来の性能である耐電性、吸水性、ソイルリリース性を保持しながら繰り返し洗濯に耐えるようになる。この第3の工程の低温プラズマ処理の条件は特に限定されず、例えばAr、空気、N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>などの気体を用いて真空度0.5~2.0 Torrにて13.56 MHzの高周波<sup>±0.5</sup>W/cm<sup>2</sup>で印加し、発生する低温プラズマで50秒~

すなわち分子量が500未満あるいは2000を越える場合には加工直後には優れた耐電性能を示すが洗剤を繰り返すごとに性能は低下する。また2%未満あるいは10%より多く付与した場合にも耐久性は良くない。これらの理由については概略考えられるが例えば分子量300未満の場合には低温プラズマ処理によりポリアルキレンジライコールが架橋結合してもなお全体の分子量が小の為繰り返し洗剤で脱落し、反対に分子量が2000以上の場合には分子量が長すぎて低温プラズマ処理時の分子量運動が困難な為に有効な架橋結合位置が限定されてしまい耐洗濯性に寄与する架橋結合数が少くなる結果と考えられる。ポリアルキレンジライコールの付与量については2%未満の場合には有効に架橋結合されたポリアルキレンジライコール皮膜が均一にポリエチレン系樹脂を被覆しきれないためと考えられ、また10%より多い付与の場合には低温プラズマ処理効果がポリアルキレンジライコール皮膜層の上層部のみにとどまりポリエチレン系樹脂との接觸部分にまで低温プラズマ

5分処理することにより良好な結果が得られる。本発明は以上の構成を有するものであり、本発明によれば上記3工程を組合せることによりはじめて良好な耐電性能、吸水性能、ソイルリリース性能とともに良好な性能の耐久性を得ることが可能である。ポリエチレン系樹脂は勿論吸水性であり油性汚れは樹脂内部に拡散して普通の洗剤では除去されにくくなる。そこで特開昭52-69985の方法ではポリエチレン系樹脂上にポリエチレンジライコール等の親水性高分子を付与してこれを吸収せんとするものであるが本発明者らの検討によれば樹脂表面に親水性高分子で被覆しても油性汚れが付着して一定の時間例えば2時間以上経過すると油性汚れは親水性高分子層を通過してポリエチレン系樹脂表面に到達しさらにポリエチレン系樹脂内部に拡散するためこれを洗剤しても容易に除去されずソイルリリース性はほとんど改良されない。したがって親水性高分子層を形成する前にポリエチレン系樹脂表面を親水化して油性汚れが樹脂内部に拡散しないようにする必要があり本発明の方法ではその

第1の工程がこれにあたる。また吸水性についても従来開発されてきた親水性高分子を付与して低温プラズマ処理する方法では勿論未処理布よりも改善されてはいるもののポリエスチル系繊維を酸素を含む気体の低温プラズマで処理したものと比較すると性能的には劣るものであった。これはいくら親水性高分子といえども耐候耐久性のある状態でポリエスチル系繊維表面に固定された状態では吸水性に限界があるということを意味するものである。しかるに本発明の方法によれば、酸素を含む気体の低温プラズマで処理しポリアルキレングライコールを付与後再度低温プラズマ処理する方法により良好な吸水性を保持したまま耐久性、ソイルリリース性が得られる。

次に実施例によつて本発明の説明を行うが、実施例における試料の性能の測定は次の方法によつて行つた。

(1) ソイルリリース性：試料に B 飲油を 0.2 ml 滴下し 20 時間放置後 ~~水洗~~ 洗濯して汚れの残存状態

ここでポリアルキレングライコールの水溶液である下記処理浴 A, B, C, D, E, F をそれぞれ用意し、処理浴 A には試料 A1, 2, 3, 5 を、処理浴 B には試料 A6 を、処理浴 C には試料 A7 を、処理浴 D には試料 A8 を、処理浴 E には試料 A9 を、処理浴 F には試料 A10 をそれぞれ投漬し、継り第 100% にて絞つたあと乾燥した。この工程が本発明方法における第二工程である。

処理浴 A : ポリエチレングライコール分子量 600 濃度	5%
〃 B : 〃	1%
〃 C : 〃	1.2%
〃 D : ポリエチレングライコール分子量 20000	5%
〃 E : ポリエチレングライコール分子量 200	5%
〃 F : エチレンオキサイド／プロピレンオキサイド 50/50 共重合物 分子量 800	5%

次に本発明方法の第三工程として下記低温プラズマ処理条件 2 により試料 A2, 3, 6, 7, 8, 9, 10 の試料の低温プラズマ処理を行つた。本発明方法は A5 及 A10 に該当し、その他はすべて本発明方法との比較例である。

を用意用グレー スケールで分级判別 (5 (良) ~ 1 (不良)) した。

(2) 吸水性：JIS L 1096 バイレツク法により 10 分後の吸上性 (mm) を測定した。

(3) 制電性：JIS L 1094 A 法による半減期を測定した。

#### 実施例 1

ポリエスチル加工糸繊物 (経糸 150d, 緯糸 150d  $\times 2$  ; 経糸密度 110 本/吋, 緯糸密度 55 本/吋) の繊維、染色、乾燥後のものを用意し、これを 11 等分してそれぞれに試料 A1 ~ A11 を付し、試料 A6 ~ A10 については下記低温プラズマ処理条件 1 にて低温プラズマ処理を行つた。この工程が本発明方法における第一工程である。

#### 低温プラズマ処理条件 1

使用ガス	空気
真空度	0.8 Torr
高周波	15.56 MHz
出力	1 W/cm <sup>2</sup>
処理時間	2 分

#### 低温プラズマ処理条件 2

使用ガス	N <sub>2</sub>
真空度	1 Torr
高周波	15.56 MHz
出力	1.5 W/cm <sup>2</sup>
処理時間	30 秒

得られた試料すべてについて吸水性、制電性、ソイルリリース性の測定を行い、その結果を第 1 表に示した。

第 3 表

試 料 番 号	処理方法			吸水性(%)		耐電性(秒)		ソイルリース性 (級)		
	第一工 程処理	第二工 程処理	第三工 程処理	加工後 洗濯後	50回 洗濯後	加工後 洗濯後	50回 洗濯後	加工後 洗濯後	50回 洗濯後	
比較例	1	なし	A	なし	70	10	2	以上 100	1	1
	2	なし	A	あり	80	45	2	3	2	1
本発明方法	3	あり	A	あり	150	160	1	2	4-5	4
比較例	4	あり	なし	なし	155	105	100	以上 100	4	5-4
	5	あり	A	なし	140	115	2	100	6	5-4
	6	あり	B	あり	160	130	1.5	100	4	5
	7	あり	C	あり	140	115	1	100	4	5
	8	あり	D	あり	120	95	3	以上 100	4	5
本発明方法	9	あり	E	あり	170	115	1	100	4	5
比較例	10	あり	F	あり	140	155	2	3	4	4
比較例	11	なし	なし	なし	10	10	以上 100	以上 100	1	1

第 1 表より分るより本発明の方法である点 3、  
点 10 は加工直後のみならず洗濯 50 回後も非常に  
良好な吸水性、耐電性、ソイルリース性が得  
られ性能の耐久性が認められた。これに対してそ  
の他の条件(比較例)では吸水性、耐電性、ソイ  
ルリース性のいずれかの性能が、もしくはその  
洗濯耐久性が不良であつた。

特許出願人 ユニチカ株式会社